

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-130732

(43)Date of publication of application : 01.05.1992

(51)Int.Cl.

H01L 21/324  
H01L 21/322

(21)Application number : 02-250226

(71)Applicant : KOMATSU ELECTRON METALS CO LTD

(22)Date of filing : 21.09.1990

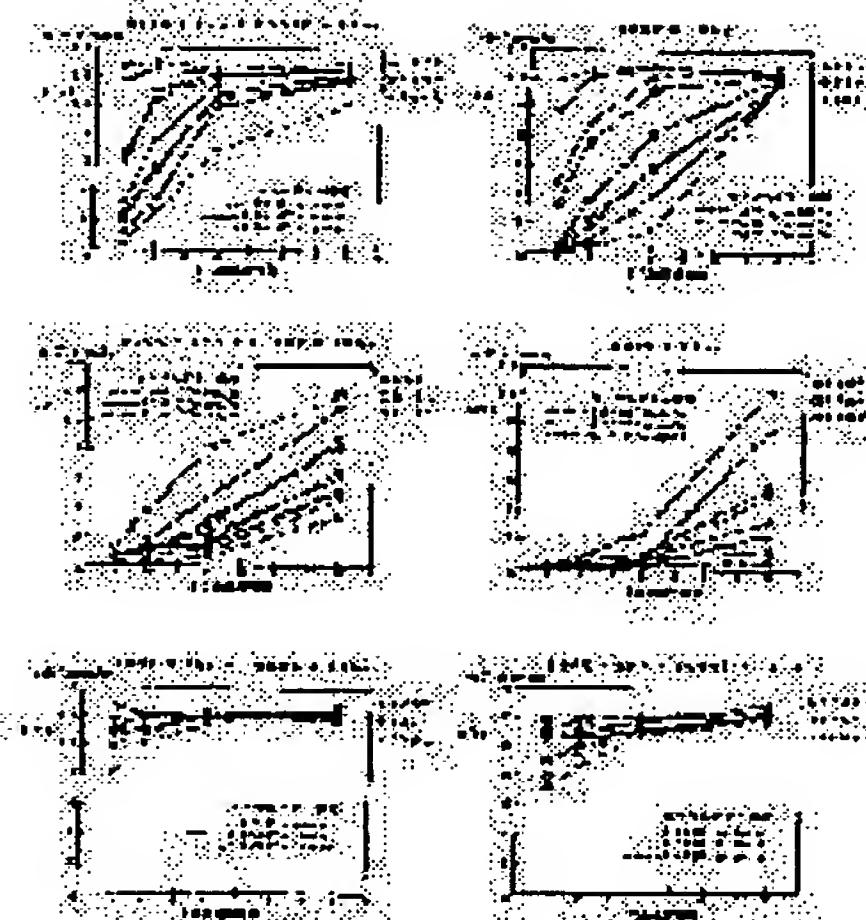
(72)Inventor : TOMIOKA JUNSUKE  
AKAGI TETSUO  
YOSHINO SHIRO

## (54) HEAT TREATMENT METHOD OF SEMICONDUCTOR WAFER

## (57)Abstract:

PURPOSE: To eliminate an irregularity in the oxygen precipitation amount  $\Delta O_i$  at a device manufacturing process, to obtain the desired  $\Delta O_i$  and to enhance the yield of a device by a method wherein an IG heat treatment is executed under a heat treatment condition which has been found so as to correspond to a thermal donor concentration in a crystal immediately after a pulling operation.

CONSTITUTION: Resistivities before and after an IG heat treatment used to induce an oxygen precipitation nucleus of wafers pulled out from individual parts of a silicon single crystal manufactured by, e.g. the Czochralski method are converted into dopant concentrations by using ASTM (F723-82); a difference is found; a thermal donor concentration is computed. For example, graphs, shown in the right figure, which show various results of individual simulation heat treatments are used, and IG heat treatment conditions (temperature, time) which make an oxygen precipitation amount  $\Delta O_i$  an optimum value at individual parts in a silicon single-crystal ingot whose thermal donor amount is different are found. An IG heat treatment is executed according to the found conditions. Thereby, the oxygen precipitation amount in the single crystal can be made uniform and, in addition, the yield of a device manufacture by it is enhanced.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's]

BEST AVAILABLE COPY

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平4-130732

⑤ Int. Cl.<sup>5</sup>

H 01 L 21/324  
21/322

識別記号

N  
Y

庁内整理番号

7738-4M  
7738-4M

④ 公開 平成4年(1992)5月1日

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全8頁)

⑥ 発明の名称 半導体ウェーハの熱処理方法

② 特 願 平2-250226

② 出 願 平2(1990)9月21日

⑦ 発 明 者 富 岡 純 輔 神奈川県平塚市真田386-75

⑦ 発 明 者 赤 城 哲 郎 神奈川県平塚市山下635番地 コーポ高嶺201号

⑦ 発 明 者 芳 野 史 朗 神奈川県相模原市磯部1149-3

⑦ 出 願 人 小松電子金属株式会社 神奈川県平塚市四之宮2612番地

明 細 書

1. 発明の名称

半導体ウェーハの熱処理方法

2. 特許請求の範囲

- 1 石英るつぼ内融液から引上げ法により育成した半導体単結晶をスライスして得たウェーハの熱処理方法において、引上げ後の結晶中のサーマルドナー濃度に対応して求められた条件で、酸素析出核を誘起させるための熱処理を施すことを特徴とする半導体ウェーハの熱処理方法。
- 2 酸素析出核を誘起させるための熱処理の温度条件が同一のとき、サーマルドナー濃度の高いものほど、短時間の前記酸素析出核を誘起させるための熱処理を施すことを特徴とする請求項1記載の半導体ウェーハの熱処理方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、半導体ウェーハ、とくに引上げ法により製造されたシリコン単結晶をスライスして得たウェーハの熱処理方法に係り、引上げ直後の結晶中のサーマルドナーの量に対応して、「酸素析出核を誘起させるための熱処理」(以下、IG熱処理という)条件を種々変えて、ウェーハ中の酸素の析出量を制御する技術に関する。

〔従来の技術〕

引上げ法によって、たとえばシリコン単結晶を製造すると、原料融液が入るるつぼが、通常は石英製であることから、引上結晶中に $10 \times 10^{17} \sim 20 \times 10^{17}$  atoms/cm<sup>3</sup> (旧ASTM表示)程度の酸素が取り込まれる。取り込まれた酸素は、素子製造の工程で受ける熱処理で、過飽和となり、析出を起こして、微小欠陥を形成する。この酸素の析出による欠陥が、不純物等のゲッタリングサイトとなり得ることから、酸素の析出欠陥を利用したゲッタリングをとくに、イントリンシックゲッタリン

グ(以下、IGという)と称し、クリーンなゲッター方法の一つとして広く採用されている。IG効果を充分に発揮させるためには、酸素析出量の精密な制御が必要とされるものの、実際は、引上中に受けた、結晶の熱履歴の差により、熱処理工程後の酸素析出量には、ばらつきが生じるのが通常であった。

〔発明が解決しようとする課題〕

シリコンウェーハ中の、このような酸素の析出挙動については、たとえば、エーエスティーエムタスクフォースコミッティ(ASTM Task Force Committee)の報告、「シリコンウェーハにおける酸素析出に関する試験」("Testing for Oxygen Precipitation in Silicon Wafers") (Solid State Technology / March 1987, P.85)に記載されている。

これによると、種々の初期格子間酸素濃度(以下、初期 $O_i$ という)のシリコンウェーハに対して、1050℃で16時間の熱処理を行なったり、

あるいは、750℃で4時間の熱処理を行ない、さらに1050℃で16時間の熱処理(詳細な条件は表-1)を行なったりして、熱処理前の初期 $O_i$ と、熱処理前後のその変化量(以下 $\Delta O_i$ という)との関係を、グラフにした場合、それぞれ第6図と第7図のようになる。

表-1に記載の熱処理は、酸素析出量調査のための簡易熱処理条件(以下、シミュレーション熱処理という)として従来より用いられているが、これらのシミュレーション熱処理によれば、 $\Delta O_i$ とデバイスの歩留りの関係は、第8図のようになる。ここで、デバイス歩留りに、悪影響を与えない範囲の、第8図中の斜線部を満たす $\Delta O_i$ を確保する目的で、初期 $O_i$ がほぼ同一にそろった複数のウェーハに対して、通常行なわれているように、一律に650℃、60分間のIG熱処理を施しても、 $\Delta O_i$ は、ウェーハ毎にバラついて、前記の範囲内に制御することができない。すなわち、初期 $O_i$ に対し $\Delta O_i$ は、平均値的にはS字カーブを描くものの、そのばらつきが大きくなる。

表-1

1	1050℃で16時間
2	750℃で4時間+1050℃で16時間
3	800℃で4時間+1000℃で16時間
4	900℃で4時間+1000℃で16時間
5	1000℃で16時間

〔課題を解決するための手段〕

ところで、引上げ法により、結晶中に取り込まれた酸素の一部は、引上時の熱履歴によりドナー化するため、予め添加した、リンやホウ素等の不純物によって決定されるはずの抵抗率を、引上結晶が示さなくなる。この、酸素に起因し結晶中に生じるドナーを、サーマルドナーと称しているが、サーマルドナーは、通常、650℃、30分程度の熱処理により、消去することができる。引上げ直後の結晶中のサーマルドナー濃度を求めるには、後述のようにして、結晶引上げ後の抵抗率と、650℃、30分程度でドナー消去を行なった後の抵抗率との関係を用いる。

本発明は、デバイス製造工程後の、ウェーハ中の酸素析出量 $\Delta O_i$ を均一にするために、従来に代わって採用すべきIG熱処理条件を提供する。すなわち、前記の、デバイス製造工程における $\Delta O_i$ のばらつきという問題をなくし、所望の $\Delta O_i$ に制御性良く取めて、デバイス歩留りの向上を図るもので、半導体単結晶をスライスして得たウェーハの熱処理方法において、引上げ直後の結晶中の、上記サーマルドナー濃度に対応して求められた熱処理条件で、IG熱処理を行なうことを特徴としている。

とくに、IG熱処理の温度条件を同一にそろえ、サーマルドナー濃度の高いものほど、短時間のIG熱処理を施す方法を採用すると制御性が良い。

さらに述べれば、予め、チョクラルスキー法により製造されたシリコン単結晶各部からスライスした、互いにサーマルドナー濃度の異なるウェーハに対して施した、IG熱処理の条件(処理温度及び時間)と、つづく、シミュレーションを通じた後の酸素析出量 $\Delta O_i$ 、との関係を求めておい

て、この関係に則り、狙いとする酸素析出量をウェーハに与えるための、IG熱処理条件を定めるのである。

#### 〔作用〕

本発明の実施に当たっては、まず、チヨクラルスキー法により製造したシリコン単結晶の各部から抜き取ったウェーハの、IG熱処理前後の抵抗率より、ASTM(F723-82)を使い、ドーパント濃度に換算して差をとり、サーマルドナー濃度を算出する。

$$\text{サーマルドナー濃度} = 5 \times 10^{17} \left( \frac{1}{\rho_i} - \frac{1}{\rho_f} \right)$$

$\rho_i$ : IG熱処理前の抵抗率

$\rho_f$ : IG熱処理後の抵抗率

初期 $O_i$ が、 $15.5 \times 10^{17}$  atoms/cc $\sim 18.5 \times 10^{17}$  atoms/ccのウェーハの場合、サーマルドナー濃度と各シミュレーション熱処理後の $\Delta O_i$ の関係は、第5図のようになり、 $\Delta O_i$ は、引上げたときの単結晶中のサーマルドナー濃度が高いほど、多い

したがって、第3図のグラフを用いると、サーマルドナー量の異なるシリコン単結晶インゴット中の各部位ごとに、 $\Delta O_i$ を最適値にするための、IG熱処理条件(温度、時間)を求めることができる。このようにして求めた条件を用いて、IG熱処理を行えば、単結晶中の酸素析出量を均一にすることができ、ひいては、これから作製されるデバイスの歩留が向上することになる。

#### 〔実施例1〕

常法により、CZ法により引上げたときのシリコン単結晶中の初期 $O_i$ は、概ね $(16 \pm 0.5) \times 10^{17}$  atoms/ccで、引上げ単結晶の長さ方向にわたってのサーマルドナー濃度は、第4図に示した通りであり、これを、単結晶の長さ方向に適当に分けた各ブロックについて、平均値をとって表すと、第2表のようになる。

ということが分かった。

そこで、まず、たとえば、初期酸素濃度が、 $16.0 \times 10^{17}$  atoms/ccのほぼ一定で、サーマルドナー量が $0.1 \times 10^{17}$  atoms/cc $\sim 1.6 \times 10^{17}$  atoms/ccと、それぞれ異なるシリコンウェーハ毎に、温度と時間を、それぞれ、550℃ $\sim 700$ ℃、1時間 $\sim 8$ 時間と変化させて、IG熱処理を行なう。その後、

・800℃ $\times 4$ 時間 in  $N_2$  + 1000℃ $\times 16$ 時間 in dry  $O_2$  (以下、熱処理Aという)。

・900℃ $\times 4$ 時間 in  $N_2$  + 1000℃ $\times 16$ 時間 in dry  $O_2$  (以下、熱処理Bという)。

・1000℃ $\times 16$ 時間 in dry  $O_2$  (以下、熱処理Cという)

の各シミュレーション熱処理を施し、それぞれ、酸素析出量をみると、第3図のようになる。

すなわち、 $\Delta O_i$ をそろえるためには、温度が同じならば、サーマルドナー濃度が高いものほど、IG熱処理の時間を短くする必要があることが分かる。逆に、時間が同じならば、温度を下げる必要があることも分かる。

第2表

	①	②	③	④	⑤	⑥
サーマル ドナー濃度 $\times 10^{17}$ atoms/cc	1.3	1.0	0.7	0.4	0.3	0.2

ここで、酸素析出量 $\Delta O_i$ が、熱処理Aのシミュレーション熱処理後では、 $8 \times 10^{17}$  atoms/cc以上が、熱処理Bのシミュレーション熱処理後では、 $4 \times 10^{17} \sim 6 \times 10^{17}$  atoms/ccが、熱処理Cのシミュレーション熱処理後では、 $3 \times 10^{17}$  atoms/cc以下が、デバイス作製上、最も適した値であることが判っている場合、単結晶のトップ側から①②③・・・⑥の各ブロックでの平均サーマルドナー濃度は、第2表に示したとおりであるから、これらの値を、第4図に対応させれば、第3表のように、IG熱処理の最適条件を選ぶことができる。

第3表

	①	②	③	④	⑤	⑥
温度 $^{\circ}C$	625	625	625	625	625	625
時間 hr.	1.5	2.0	2.5	2.7	2.8	3.0



こうして、IG熱処理を施した、単結晶のそれぞれのブロックから切りだしたウェーハについて、シミュレーション熱処理を行なった結果、その酸素析出量 $\Delta O_i$ と初期 $O_i$ との関係は、第1図のようになった。

比較のために、従来どおりの、650℃×2.5時間のIG熱処理を一律に行なったものについて、酸素析出量 $\Delta O_i$ と初期 $O_i$ との関係をとると、第2図のようになった。

本実施例による、デバイス歩留りは、前記従来のそれと比較すると、約10%向上する。

本実施例からも分かるように、本発明の方法に従って条件をもとめ、IG熱処理を行なえば、その後のデバイス製造工程において、酸素析出量にバラつきを起こさず、デバイスの製造歩留りを向上させることができる。

なお、本発明では、たとえば、次のような回帰式から、IG熱処理時間(t)を求めることができる。

$$\Delta O_i = \alpha \cdot \text{初期} O_i + \beta \cdot \text{サ-マルドナ-濃度} + \gamma \cdot t + \delta$$

様に適用できる。

2ステップIGの場合のサ-マルドナ-濃度と、酸素析出量との関連は、第9図に例示した。この図は、高温(1175℃)と低温(700℃)の2ステップIG処理後、熱処理Cのシミュレーションを施した場合を示しているが、前記の実施例と同様、サ-マルドナ-濃度の増加にともない、酸素析出量も増加する。すなわち、酸素析出量の精密なコントロールをするためには、サ-マルドナ-濃度が高い基板に対しては、2ステップIGの場合でも、高温熱処理後の、低温の熱処理時間を短くする必要がある。低温熱処理の条件は、サ-マルドナ-濃度に対応して求めることが、重要である。

#### 〔発明の効果〕

サ-マルドナ-濃度を一つの指標として定めた熱処理条件を採用した本発明によれば、引上げ後の結晶中のサ-マルドナ-濃度に対応して求められた条件で、IG熱処理を施すため、デバイス製造工程において、狙いとする酸素析出量をウェー

狙いとする酸素析出量 $\Delta O_i$ 、測定した初期 $O_i$ 及びサ-マルドナ-濃度より、

$$t = \frac{\Delta O_i - \alpha \cdot \text{初期} O_i - \beta \cdot \text{サ-マルドナ-濃度} - \delta}{\gamma}$$

650℃のIG熱処理時間を求めた場合、

$$\begin{aligned} \Delta O_i(800^\circ\text{C}, 4\text{hr} + 1000^\circ\text{C}, 16\text{hr}) \\ = 2.09 \times \text{初期} O_i + 0.237 \times \text{サ-マルドナ-濃度} + 0.1547t \\ - 23.177 \end{aligned}$$

$$R = 97.7\%$$

$$\begin{aligned} \Delta O_i(900^\circ\text{C}, 4\text{hr} + 1000^\circ\text{C}, 16\text{hr}) \\ = 1.10 \times \text{初期} O_i + 1.077 \times \text{サ-マルドナ-濃度} + 2.04t \\ - 16.87 \end{aligned}$$

$$R = 78.7\%$$

となった。

上記実施例は、650℃付近の低温熱処理による酸素析出を誘起させる、IG効果を付与したが、あらかじめ、高温(通常1100℃以上)熱処理による酸素の外方向拡散を行なってから、低温の熱処理を施す、いわゆる2ステップIGについても同

ハに与える際、従来の一律のIG熱処理法を採用する場合に較べ、そのバラツキが減少し、最終製品であるデバイス歩留りを向上させることができた。また、このようにすれば、一本の単結晶インゴットの利用率を上げることができ、生産性が向上する。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は、本発明の方法によった場合の、初期格子間酸素濃度 $O_i$ と熱処理前後のその変化量 $\Delta O_i$ との関係を示す図。

第2図は、従来の方法によった場合の、初期格子間酸素濃度 $O_i$ と熱処理前後のその変化量 $\Delta O_i$ との関係を示す図。

第3図は、酸素析出核を誘起させるための熱処理時間と、その後の、各シミュレーション後の $\Delta O_i$ との関係を示す図。

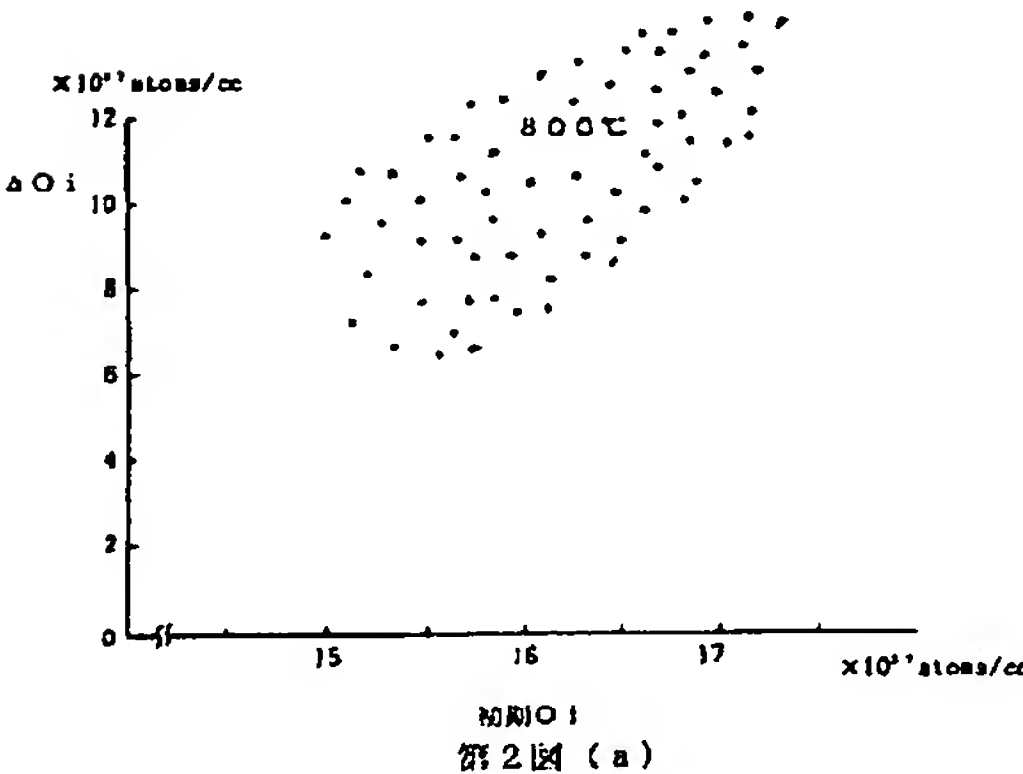
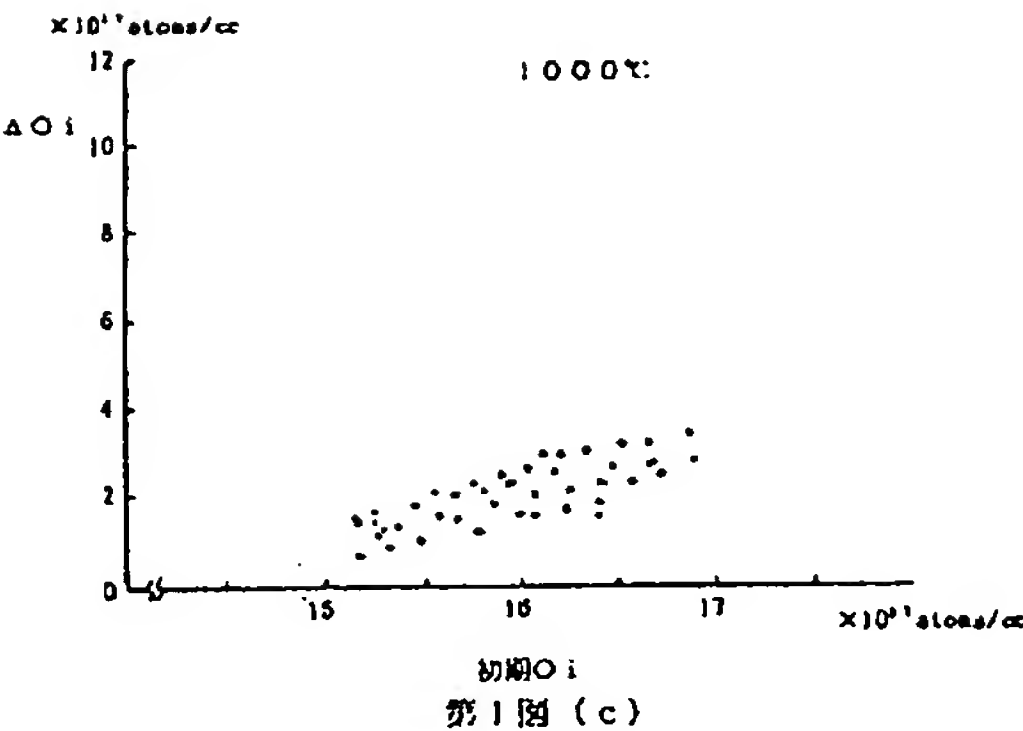
第4図は、単結晶の各固化率における、結晶中のサ-マルドナ-濃度を示す図。

第5図は及び第9図は、サ-マルドナ-濃度

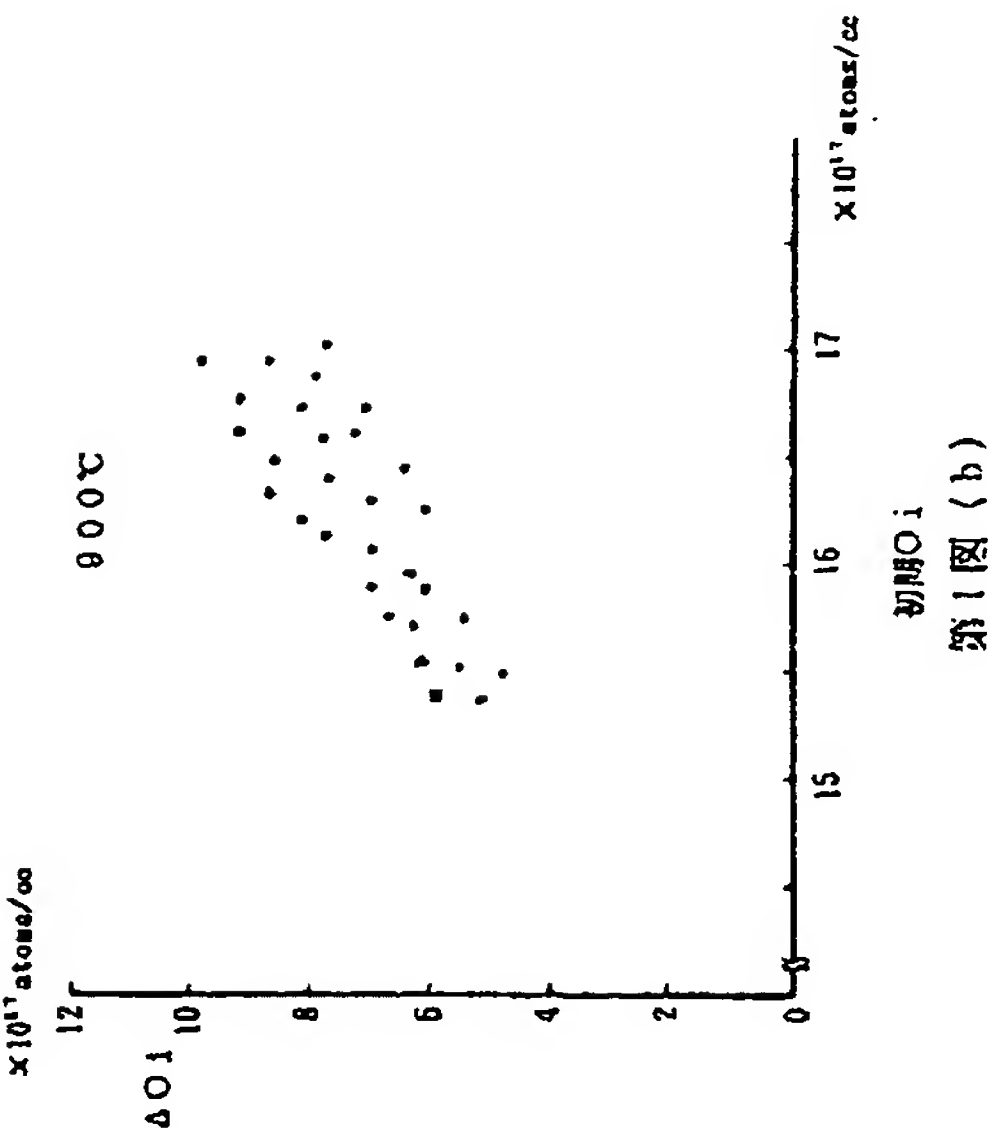
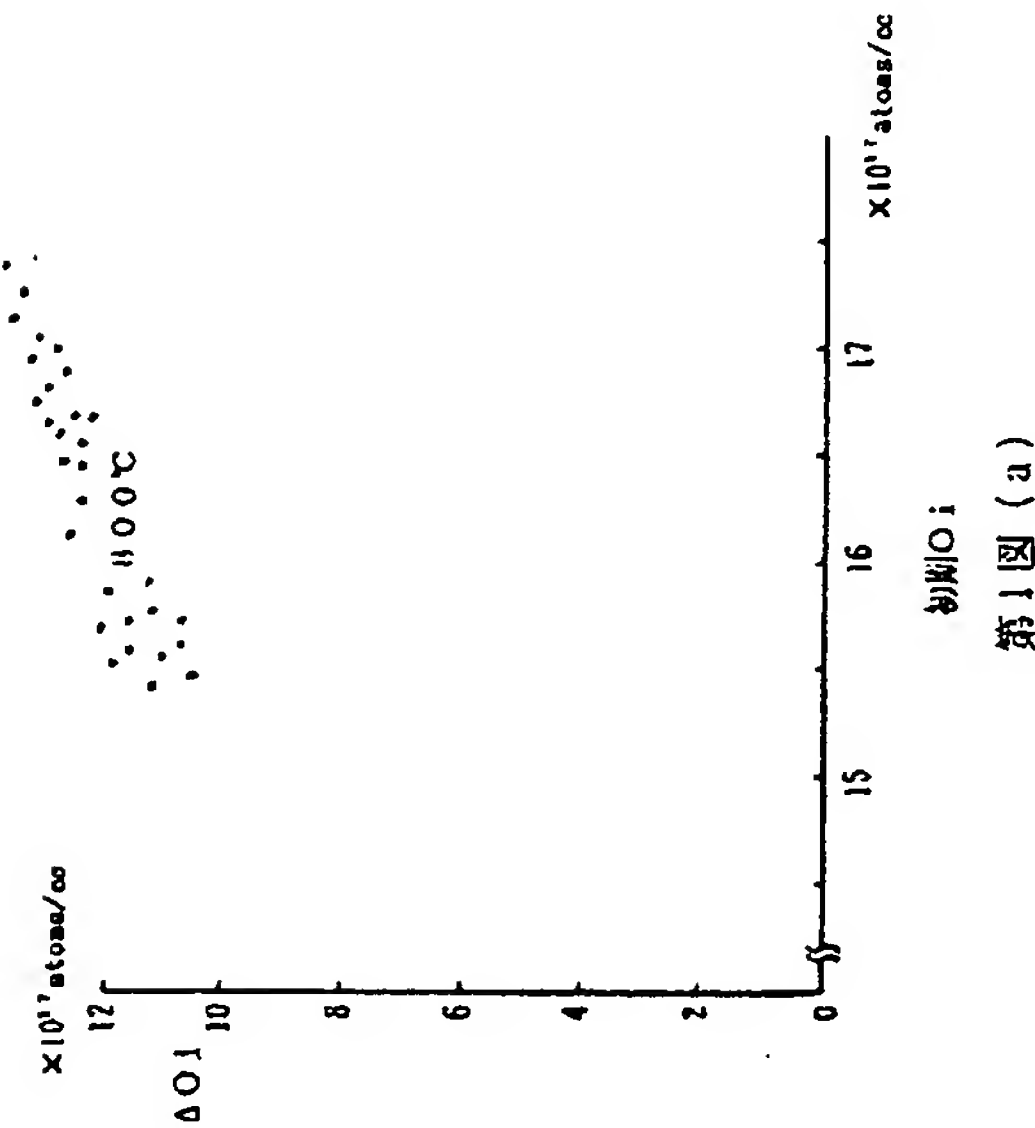
と各シミュレーション後の $\Delta O_i$ との関係を示す図。

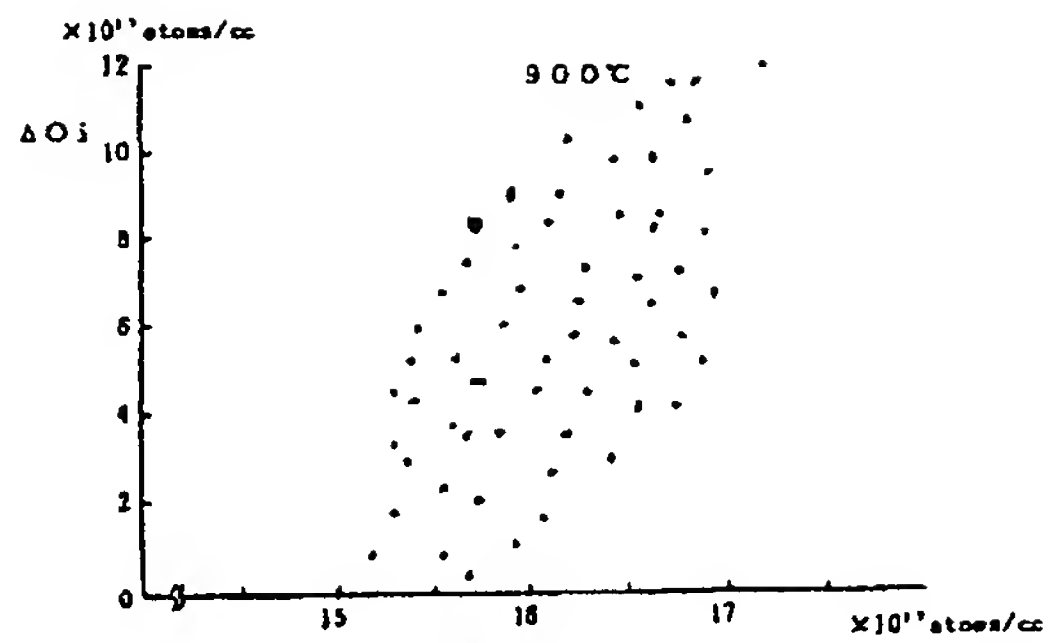
第6図及び第7図は、初期 $O_i$ と $\Delta O_i$ との関係を示す図。

第8図は、 $\Delta O_i$ とデバイス歩留りの関係を示す図。

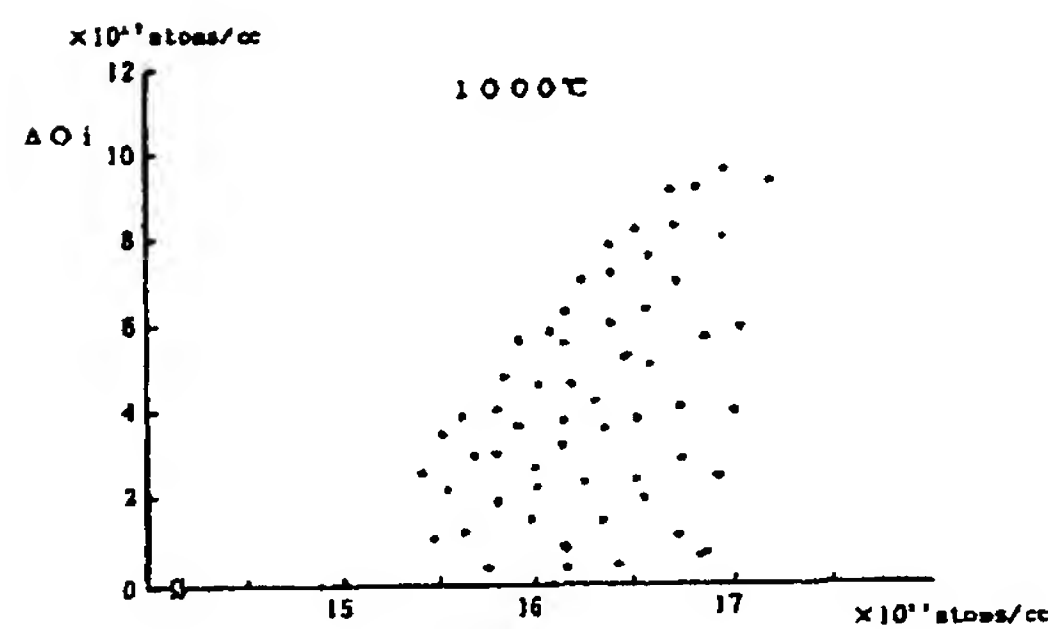


特許出願人 小松電子金属株式会社

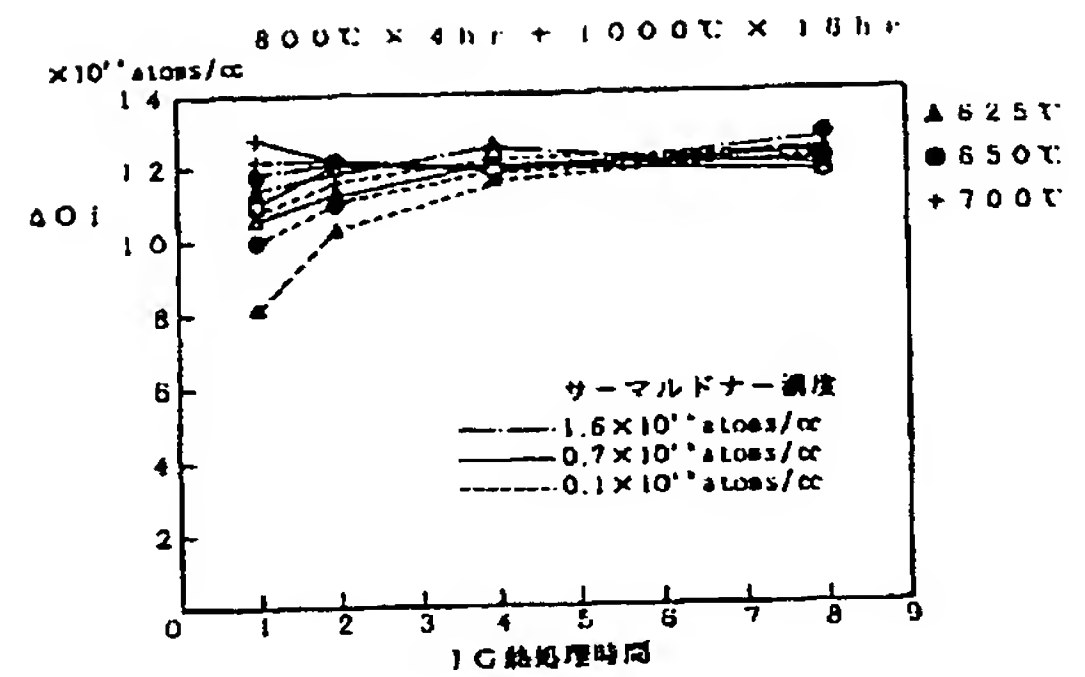




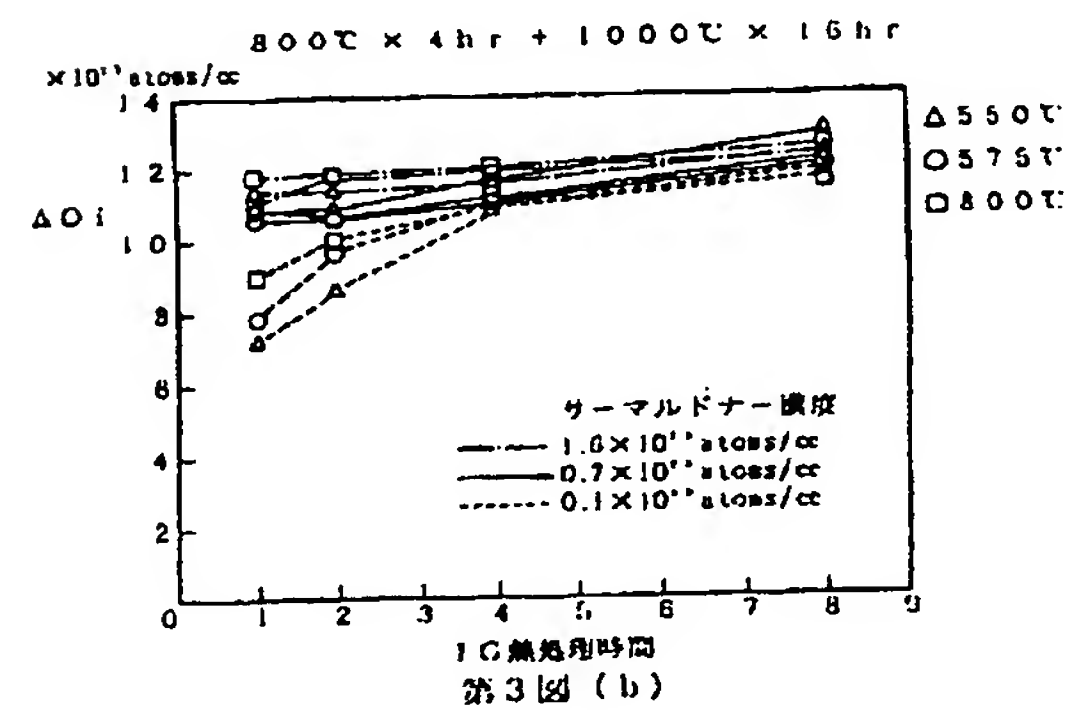
第2図 (b)



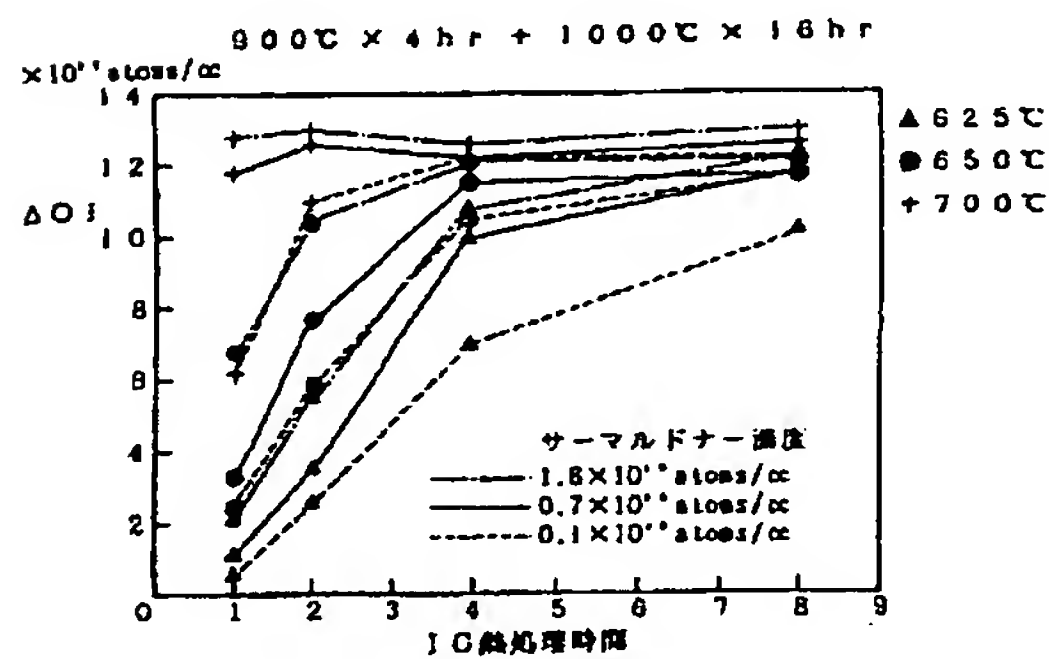
第2図 (c)



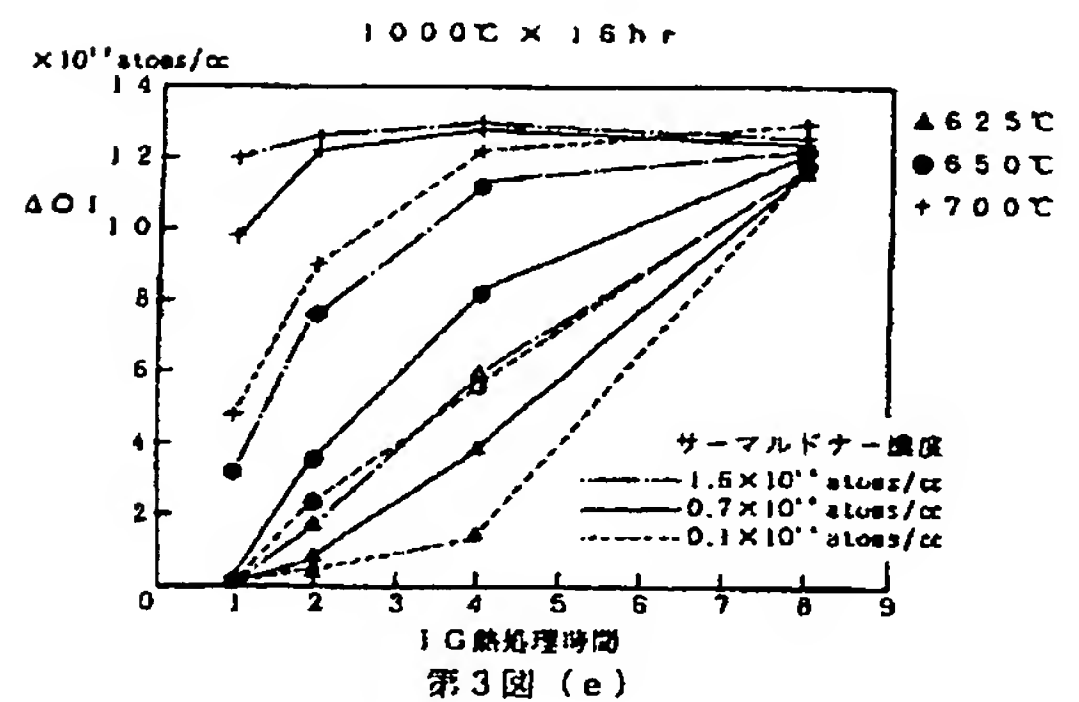
第3図 (a)



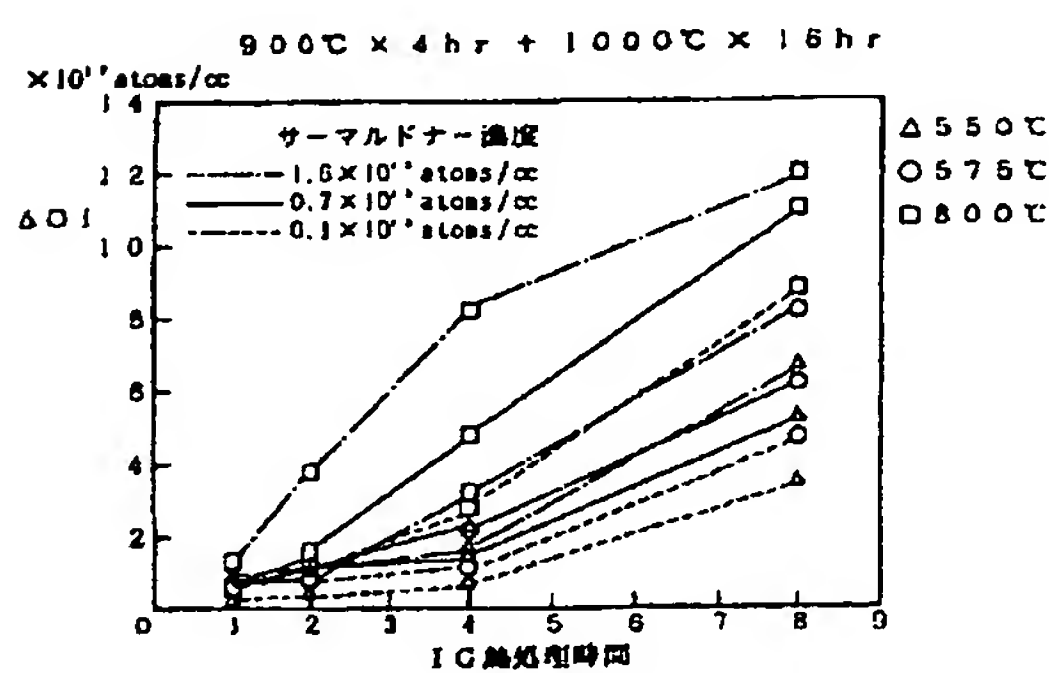
第3図 (b)



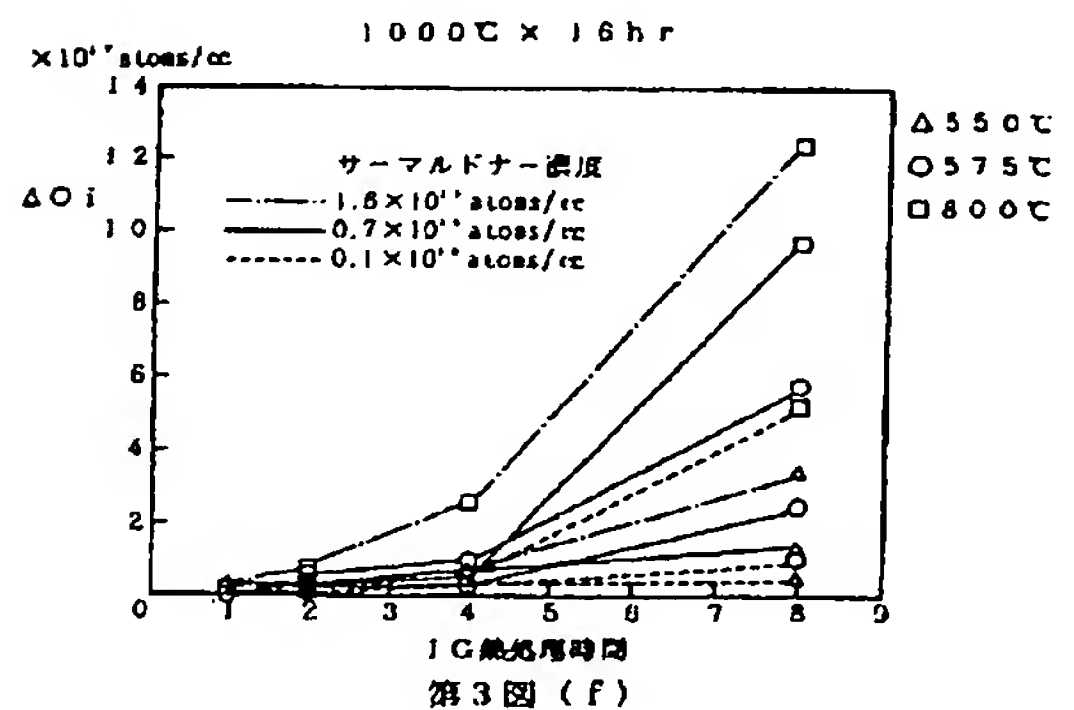
第3図 (c)



第3図 (e)

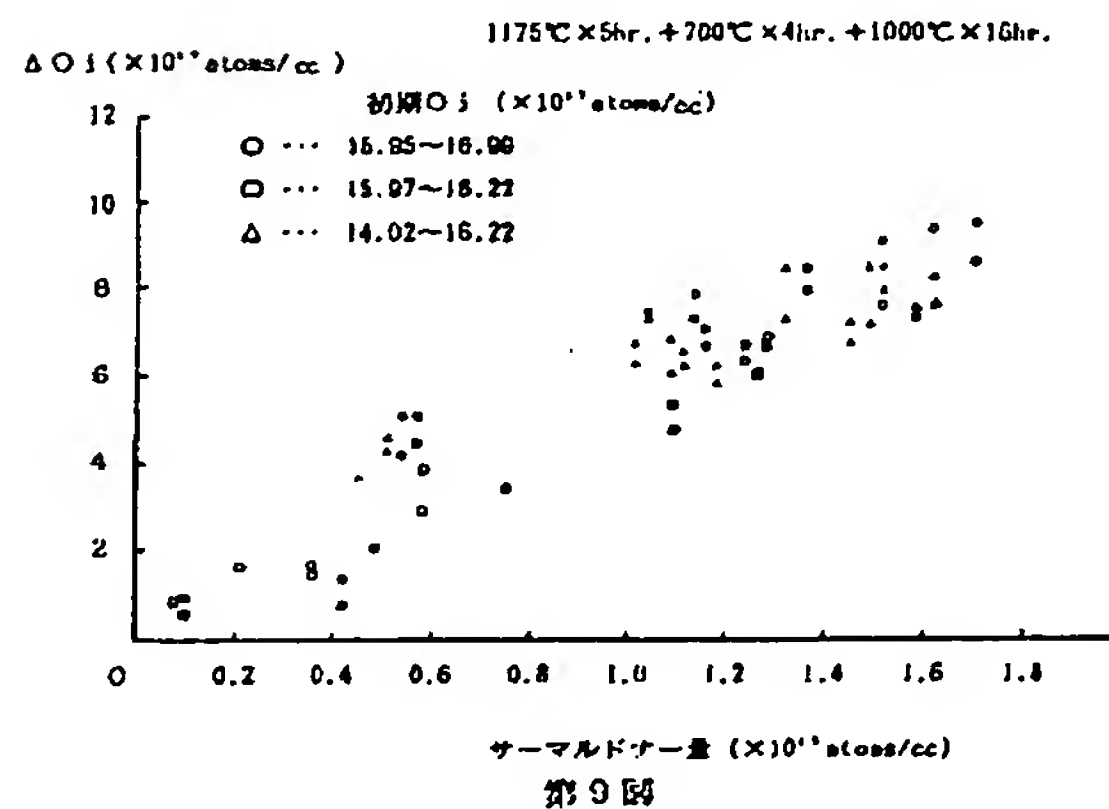
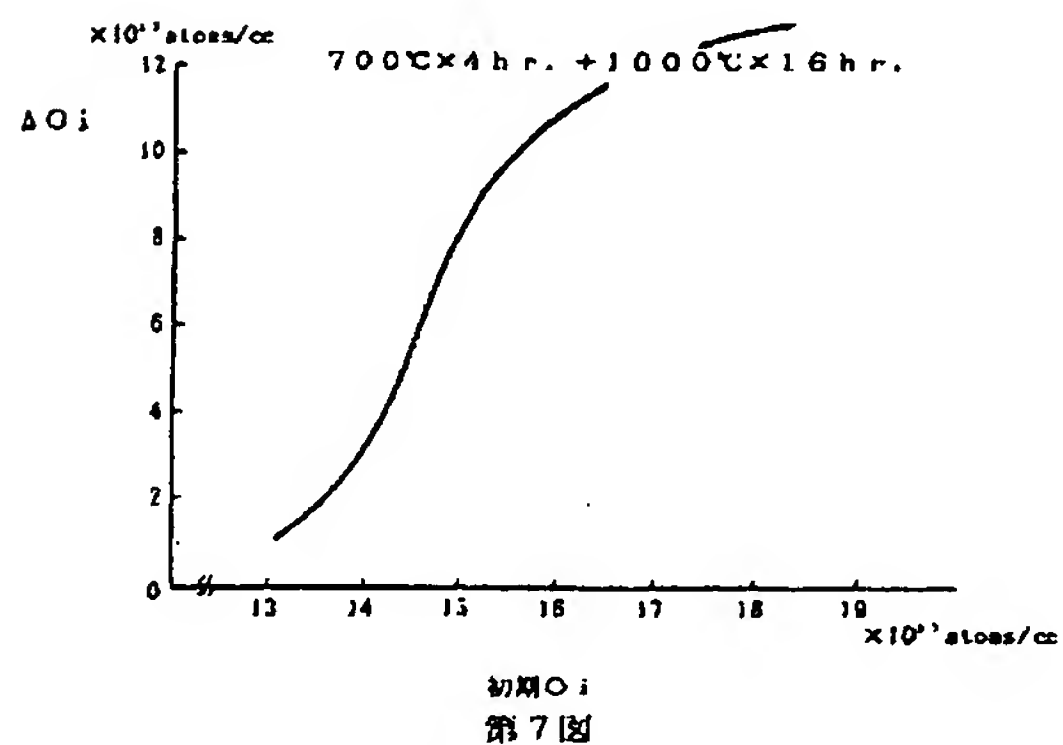
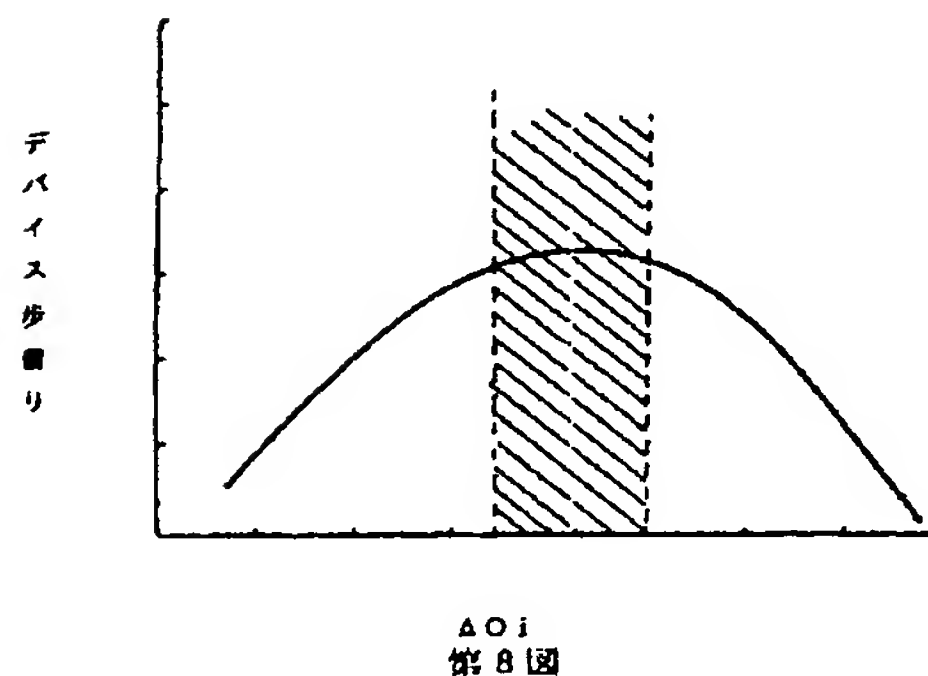
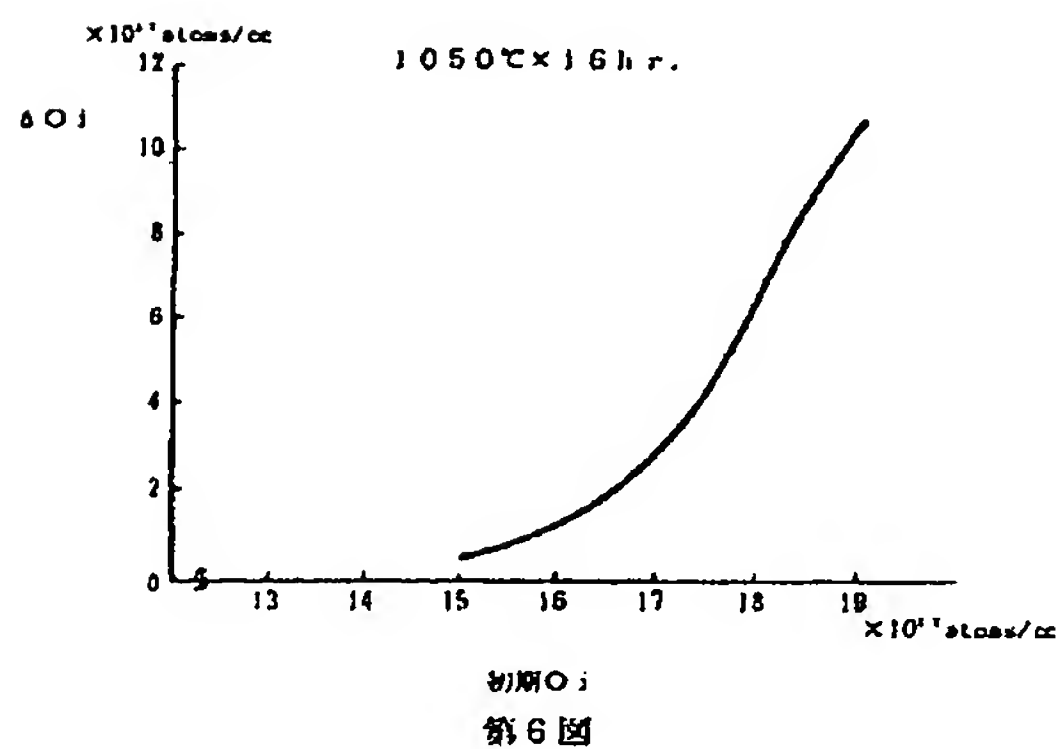
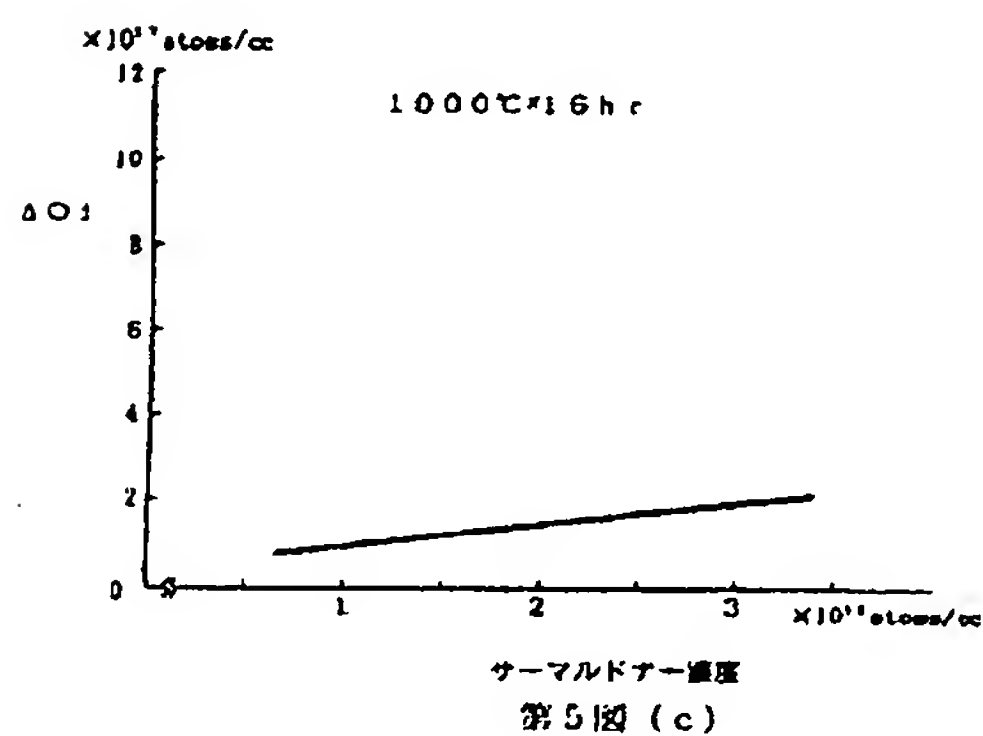
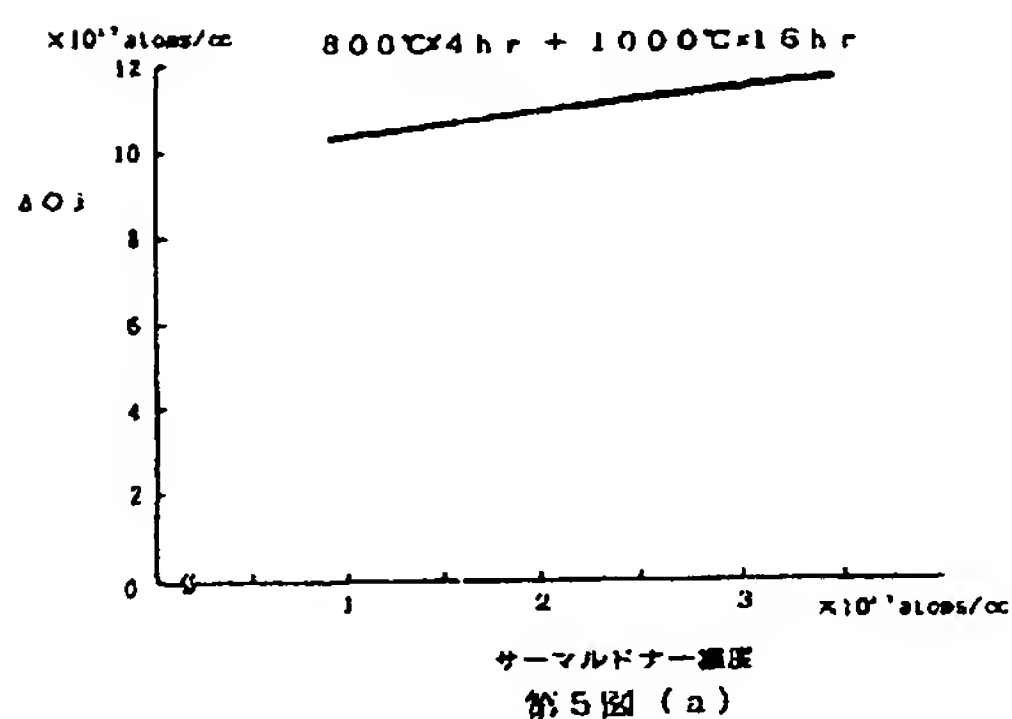
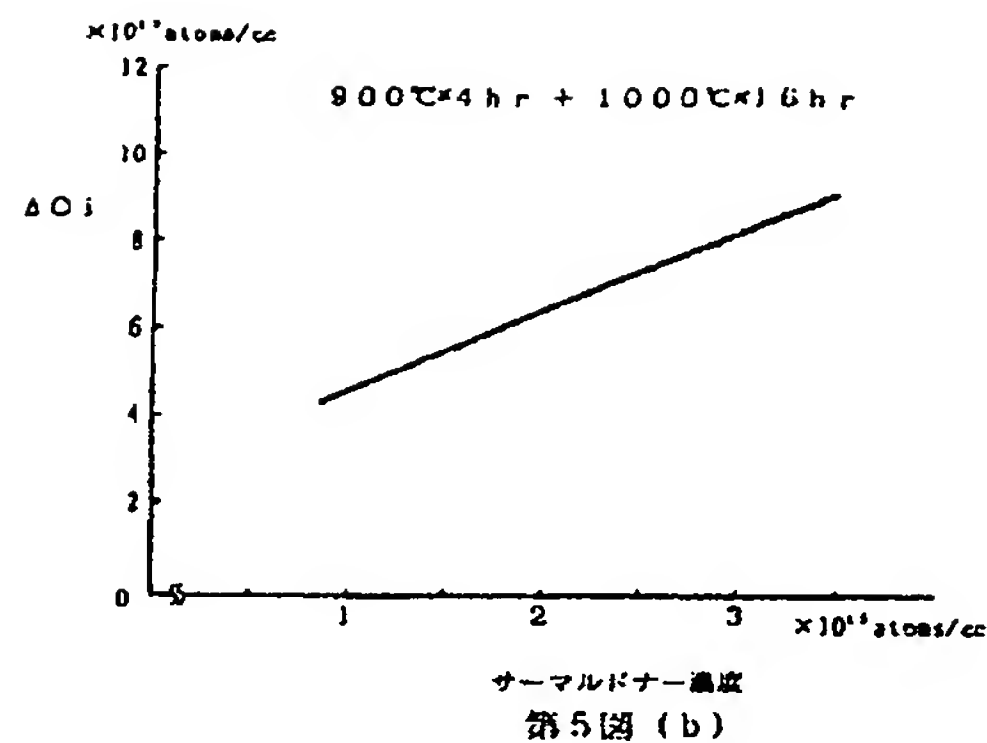
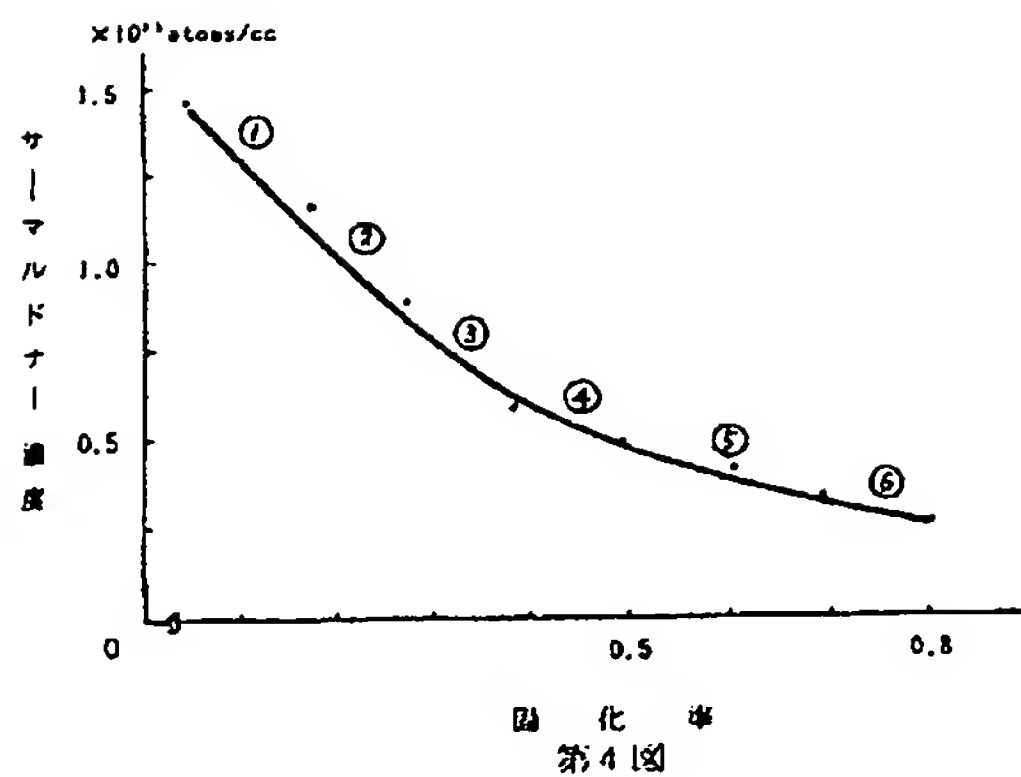


第3図 (d)



第3図 (f)





特開平4-130732(8)

手続補正書(自発)

平成3年7月23日

特許庁長官 殿

1. 事件の表示

平成2年特許願第250226号

2. 発明の名称

ハーフワイヤ  
半導体ウェーハの熱処理方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 神奈川県平塚市四之宮2612番地

名称 小松電子金属株式会社

代表者 研野和人

4. 補正命令の日付

自発

5. 補正の対象

・明細書の発明の詳細な説明の欄

6. 補正の内容

・明細書第10頁上から第10行目(第2表は行数に含まず)に「第4図」とあるのを「第3図」と補正する。



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**